

BEST AVAILABLE COPY

(3)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-062638

(43)Date of publication of application : 06.03.1998

(51)Int.Cl.

G02B 6/13
G02B 6/12

(21)Application number : 08-219834

(71)Applicant : HITACHI CABLE LTD

(22)Date of filing : 21.08.1996

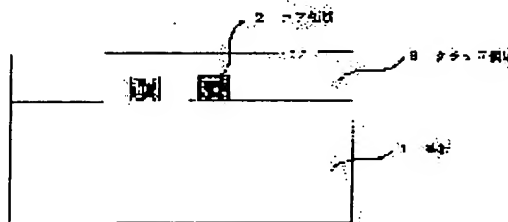
(72)Inventor : OKUBO HIROYUKI
HONGO AKISHI
KASHIMURA SEIICHI

(54) OPTICAL WAVEGUIDE AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the uniformity or flatness and reduce the cost by forming a part or all of a core area, a clad area and a buffer layer by use of a glass film using a thermosetting inorganic polymer precursor as starting material.

SOLUTION: Since a base 1 is formed of a quartz base, a core area 2 can be formed directly on the base 1 without particularly requiring a buffer layer. The base 1 also functions as a clad area 3 for surrounding the lower part of the core area 2. The base 1 is spin-coated by use of polysilazane precursor as a thermosetting inorganic polymer, and a preliminary heating is performed at a relatively low temperature near the boiling point of a solvent to evaporate the solvent. The baking temperature and baking atmosphere which are thermal treatment conditions for vitrification by thermal decomposition are selected, whereby the contents of nitrogen and oxygen in the glass film are controlled to provide a glass film having a wide refractive index range of 1.44-2.0. A film excellent in uniformity and step coverage can be formed with an inexpensive device.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-62638

(43) 公開日 平成10年(1998) 3 月 6 日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 B 6/13			G 0 2 B 6/12	M
6/12				N

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平8-219834

(22) 出願日 平成8年(1996) 8 月21日

(71) 出願人 000005120

日立電線株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目1番2号

(72) 発明者 大久保 博行

茨城県土浦市木田余町3550番地 日立電線

株式会社アドバンスリサーチセンタ内

(72) 発明者 本郷 晃史

茨城県土浦市木田余町3550番地 日立電線

株式会社アドバンスリサーチセンタ内

(72) 発明者 樫村 誠一

茨城県土浦市木田余町3550番地 日立電線

株式会社アドバンスリサーチセンタ内

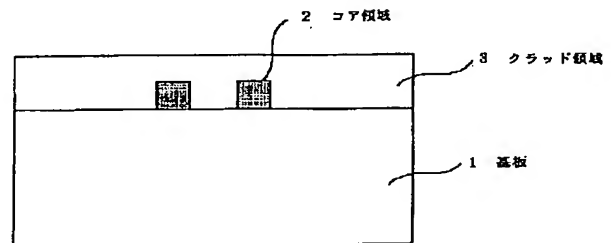
(74) 代理人 弁理士 松本 孝

(54) 【発明の名称】 光導波路及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 均一性及び平坦化に優れ、且つ低損失な光導波路及びその製造方法を提供することにある。

【解決手段】 コア領域、クラッド領域、及びバッファ層の一部又は全部を熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜によって形成したこと、スピコート法と熱分解時の雰囲気によって屈折率を制御する方法を用いたことにある。



【特許請求の範囲】

【請求項1】半導体、ガラス、高分子樹脂の何れかより成る基板上に形成された光導波路に於いて、該光導波路を構成する略矩形断面なコア領域、クラッド領域、及びバッファ層の一部又は全部を熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜によって形成することを特徴とする光導波路。

【請求項2】前記熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜の屈折率は、窒素及び酸素の含有量によって制御され、相対的に窒素含有量が多い領域を屈折率の高いコア領域とすることを特徴とする請求項1記載の光導波路。

【請求項3】前記熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜の屈折率は、窒素及び酸素の含有量によって制御され、相対的に酸素含有量が多い領域を屈折率の低いクラッド領域とすることを特徴とする請求項1記載の光導波路。

【請求項4】前記略矩形断面なコア領域を覆う前記クラッド領域は、その一部又は全部が熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜によって形成され、該ガラス膜により前記コア領域上部の形状が平坦化されていることを特徴とする請求項1記載の光導波路。

【請求項5】前記コア領域は熱硬化型有機高分子ポリマーから成り、該コア領域の上部を覆う前記クラッド領域は、その一部又は全部が熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜によって形成されていることを特徴とする請求項1記載の光導波路。

【請求項6】前記熱硬化型無機高分子ポリマーは、ポリシラザン、或いは該ポリシラザンにP、B、F、Ti、Ge、Al、Zr、Znのうち少なくとも一種の元素を添加したものであることを特徴とする請求項1記載の光導波路。

【請求項7】基板上にバッファ層、コア領域及びクラッド領域からなる光導波路を形成する方法において、前記コア領域、クラッド領域、及びバッファ層の一部又は全部を熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜によって形成することを特徴とする光導波路の製造方法。

【請求項8】前記熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体はスピコート法によって塗布され、その後該熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を熱処理により熱分解することによってガラス化し、少なくとも1回以上塗布又は熱処理の工程を繰り返すことを特徴とする請求項7記載の光導波路の製造方法。

【請求項9】前記熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜の屈折率は、前記熱処理における熱分解時の雰囲気窒素、酸素、又は窒素及び酸素の混合とし、該窒素及び酸素の含有量により制御することを特徴とする請求項7記載の光導波路の製造方法。

【請求項10】前記熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体

はバブリングにより気化し、熱或いはプラズマを用いた気相成長によりガラス化することを特徴とする請求項7記載の光導波路の製造方法。

【請求項11】前記熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜の屈折率は、窒素、酸素、又は窒素及び酸素の混合ガスを用いて前記熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体をバブリングにより気化し、該窒素及び酸素の含有量により制御することを特徴とする請求項7記載の光導波路の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は光導波路、特にスピナー塗布或は気相成長によってガラス膜が容易に形成される熱硬化型無機高分子ポリマーから成る新規な光導波路及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】光導波路は一般に、平面の基板上にコアと呼ばれる屈折率の高い領域とそれを囲むクラッドと呼ばれるコアよりも屈折率の低い領域とから成り、光は屈折率の高いコア領域に閉じ込められて伝搬する。また基板による光の吸収、偏向依存性等の影響を回避するため、光の伝搬領域と基板とを光学的に隔離するバッファ層が必要に応じて形成される。

【0003】光導波路は通常、通信或は情報処理の分野で有用なガラス材料を用いて製造される。ガラス材料を用いた光導波路に於いて、コア領域、クラッド領域、及びバッファ領域を構成するガラス膜の形成法として、火炎堆積法、CVD (Chemical Vapour Deposition) 法、スパッタリング法、蒸着法等様々な形成方法が従来より検討されている。

【0004】火炎堆積法は厚膜でしかも平坦なガラス膜を得ることができるため、基板上に形成されるバッファ層やコア領域を覆う上部クラッド領域の形成に広く用いられている。またCVD法、スパッタリング法、蒸着法等は比較的低温で、且つ均一な膜厚のガラス膜形成に有効である。

【0005】一方、最近になってSOG (Spin On Glass) を用いた簡易なガラス膜形成法が注目を集めている。特に電子デバイスにおける多層配線の層間絶縁膜の成膜方法として多用されている。このSOGはスピコートにより前駆体を基板上に塗布し、熱処理を加えるだけで良質なガラス膜が形成される。このように光導波路を構成するためのガラス膜の形成には、従来より様々な方法が検討されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】上述したように様々なガラス膜形成方法が検討されているが、それぞれの成膜方法には以下に記すような問題点がある。

【0007】まず火炎堆積法は、透明ガラス化を図る工程で1000℃を越える高温での熱処理が必要であるた

3

め基板や導波路形状を変形させてしまう危惧がある。またCVD法、スパッタリング法、蒸着法等は平坦な膜形成や段差の被覆性、すなわちステップカバレッジが難しく段差のあるコア領域上部のクラッド膜の形成には不適である。

【0008】更にCVD法によってSiH₄ ガスやTEOS系材料を用いてガラス膜を形成する場合には、作製される膜中にOH基やSiH基等導波路の損失要因となる成分が残留し易い。つまり低損失な光導波路を作製することが難しい。

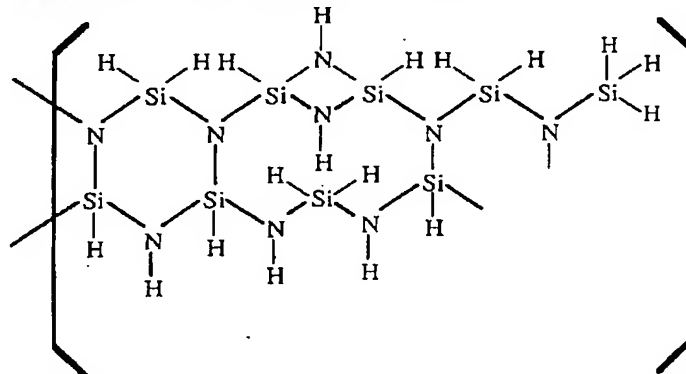
【0009】またスパッタリング法は成膜速度が遅くミクロンオーダーの膜を形成するにはかなりの時間が必要である。そして上記で説明したCVD法、スパッタリング法、蒸着法はいずれも高価な成膜装置を必要とする。つまり光導波路の製造コストが高いという問題がある。

【0010】一方SOGを用いたガラス膜は安価な装置で膜形成が可能であるが、従来のSOGはケイ素化合物にガラス質形成材、有機バインダーを加え、これらを有機溶媒に溶解した前駆体溶液を用いている。このようなSOGではOH基やCH基を多量に含有しており、熱処理の工程で熱分解により膜が大きく収縮してクラックが発生してしまう。従って厚膜のガラス膜形成は困難である。またCH基がガラス膜の構成元素として取り込まれているため、通信で用いる波長帯での伝送損失が大きくなる。

【0011】従って本発明の目的は、前記した従来技術の問題点を解決し、均一性及び平坦化に優れ、且つ低損失な光導波路及びその製造方法を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明は上記の目的を実現するため、半導体、ガラス、高分子樹脂の何れかより成る基板上に形成された光導波路に於いて、該光導波路*



【0018】更にこの材料は、比較的低い温度で熱分解が開始しガラス化が容易である。またOH基やCH基を含んでいないため、それらの基による吸収が無く、低損失な光導波路を実現することができる。

【0019】また前駆体中の有機バインダーが蒸散しながらガラス化する従来のSOG (Spin On Glass) とは異なり、NやHが外部雰囲気中のOと置換しながらガラス

4

*を構成する略矩形断面なコア領域、クラッド領域、及びバッファ層の一部又は全部を熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜によって形成することを特徴とする光導波路を用いた。

【0013】前記熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体はスピンコート法によって塗布され、その後該熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を熱処理により熱分解することによってガラス化し、少なくとも1回以上塗布又は熱処理の工程を繰り返す製造方法を用いるのが好ましい。

【0014】また、前記熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜の屈折率は、前記熱処理における熱分解時の雰囲気を窒素、酸素、又は窒素及び酸素の混合とし、該窒素及び酸素の含有量により制御するのが良い。

【0015】

【発明の実施の形態】図1は本発明の第一の実施例の光導波路の断面図を示す。1は基板、2はコア領域、3はクラッド領域を表す。基板1は石英基板を使用しているので、基板の吸収損失や偏向依存性のような光学的な影響は小さく、特にバッファ層は必要では無い。そのため基板1上に直接コア領域2を形成することができる。また基板1はコア領域の下部を囲むクラッド領域の働きも兼ねている。

【0016】第一の実施例では熱硬化型無機高分子ポリマーとして、化1に示したセラミック前駆体であるペルヒドロポリシラザン（東燃製）を用いた。このポリマーは組成上CやOを含有していない完全な無機質であり、Si、N、Hのみによって構成され、芳香族、エステル等殆どの有機溶媒に可溶である。従って有機系樹脂と同様の方法により塗布することができる。

【0017】

【化1】

化するので、熱分解によりガラス化する時の体積収縮率が小さい。このためクラック、ポイド等の欠陥が無い良質な厚膜のガラス層を形成することが可能である。それにポリマーであるため半導体、ガラス、高分子樹脂等様々な基板上に成膜が可能であり、またこれら種々の材料とを組み合わせた光導波路の構成も可能である。

【0020】基板1にポリシラザン前駆体をスピンコー

ト法により塗布し、予備加熱により溶媒を蒸散させた後、電気炉で焼成温度600℃にてガラス化させる。これにより膜厚約3μmのコア層を得る。このコア層はフォトリソグラフィ法による導波路のパターニングとドライエッチング法によって矩形断面のコア領域2に加工される。

【0021】コア領域2はそれを囲む周辺部分より相対的に屈折率が高くなければならない。そのため焼成時の焼成雰囲気は窒素20%を含む酸素との混合ガス雰囲気とした。これにより波長632.8nmで屈折率1.49

10
【0022】図2にはペルヒドロポリシラザン膜の屈折率の熱処理依存性を示す。キシレン溶媒で希釈されたポリシラザン前駆体を基板上にスピンコートし、その後溶媒の沸点付近の比較的低い温度で予備加熱を行い溶媒を蒸散させる。次に熱分解によりガラス化するために適当な温度及び雰囲気中で熱処理を行う。この時の熱処理条件である焼成温度、焼成雰囲気を選ぶことにより、屈折率1.44から2.0と広範囲な屈折率を有するガラス膜を得ることができる。特に酸素雰囲気中では500℃
20
以下の比較的低い温度で、Siの熱酸化によって形成されるSiO₂膜とほぼ等しい屈折率のガラス膜を得ることができる。このように熱処理中の雰囲気を選ぶことにより、ガラス膜の窒素及び酸素の含有量を制御し、屈折率を変化させることができる。

【0023】コア領域を形成するに当たって重要なことは、緻密なガラス膜を形成することである。コア膜の緻密性が乏しいと散乱損失が増加するだけでなく、ドライエッチングによってコア領域を加工するとき導波路のパターン幅に大きな目減りが生じマスクパターン通りの寸法精度が得られない。本実施例で形成したコア膜の密度は2.2g/cm³で十分な緻密性を有している。

【0024】図3は本発明の第二の実施例の光導波路の断面図を示す。1は基板、2はコア領域、3はクラッド領域、4はバッファ層を表す。この第二の実施例は吸収損失や偏向依存性等の基板の光学的影響を抑制するため、光導波路と基板との間に設けられるバッファ層に本発明を適用した例である。

【0025】光導波路は基板1、相対的にクラッド領域3より屈折率が高いコア領域2、相対的にコア領域2より屈折率が低いクラッド領域3、そして光の伝搬領域と基板1とを光学的に隔離するバッファ層4から構成される。基板として半導体基板や有機高分子フィルム等損失性媒体からなる材料を使用する場合には、このバッファ層4は不可欠である。ポリシラザン前駆体をスピンコート法により基板1に多層回重ね塗りし、予備加熱して溶媒を蒸散させた後、電気炉にて焼成温度450℃でガラス化させる。これにより膜厚10μmのバッファ層4を得た。

【0026】この実施例ではバッファ層4は基板1から

の光学的影響から光導波路を隔離するためだけではなく、コア領域2の下部を囲むクラッド層の働きもかねている。そのためガラス化のための焼成雰囲気は酸素100%とした。その結果、バッファ層4の屈折率は波長632.8nmで1.45と熱酸化によるSiO₂の屈折率とほぼ等しいガラス膜を得ることができた。

【0027】バッファ層4を形成するに当たって重要なことは、バッファ層4と基板1との付着力である。第二の実施例によるバッファ層4は基板が半導体、ガラス、高分子樹脂いずれの場合にも良好な付着力を示した。また表面が平坦な基板を用いてバッファ層4形成したが、表面に凹凸のある基板でも本発明によれば表面の形状が平坦化したガラス層の形成が可能である。従って多層構造の光導波路の形成にも適用できる。

【0028】図4に本発明の第三の実施例の光導波路の断面図を示す。1は基板、2はコア領域、3はクラッド領域を表す。基板1として石英基板を用い、この基板1の上にコア領域2を形成した後、ポリシラザン前駆体をスピンコート法により多数回重ね塗りし、予備加熱により溶媒を蒸散させた後、電気炉で焼成温度450℃にてガラス化させる。これによりコア領域2の上部を覆う膜厚約10μmのクラッド領域3を得る。

【0029】クラッド領域3の屈折率は焼成温度を450℃、焼成雰囲気を酸素とすることにより1.45を達成した。この屈折率はコア領域2よりも低い屈折率である。ただし波長632.8nmでの値である。コア領域2の上部を覆うクラッド領域3を形成するに当たって重要なことは、段差を持つコア領域の被覆性、すなわちステップカバレッジに優れていることである。ステップカバレッジが不良であると、コア領域2とクラッド領域3との間に空隙が生じ、伝送損失を著しく増加させる。

【0030】以下、その他の実施例について説明する。コア領域2の材料としてガラス以外の材料、例えば熱硬化型有機高分子ポリマーを用いた場合にも本発明は適用できる。有機高分子ポリマーは特に非線形光学効果が大きな材料が容易に得られ、能動型光導波路を形成する上で重要な材料が多い。

【0031】しかしながら、有機高分子ポリマーは吸湿性が大きく長期信頼性が一般にガラス導波路よりも劣るという欠点があり、従来技術ではこれにクラッド領域を形成することは難しかった。しかし本発明によればこのような有機高分子ポリマーをコア領域に用いた導波路でもクラッド領域の形成は可能であり、水蒸気透過率を0.6g/m²/day程度に抑えることができる。ただし1気圧、膜厚0.6μmでの値である。このため有機高分子ポリマーから成るコア領域を外部環境から保護する働きも兼ねることができる。

【0032】また、本発明によればコア上部を覆うクラッド層の表面形状は平坦化されるので、クラッド領域をさらに厚くするには本発明によるクラッド領域3を形成

した後、CVD法や蒸着法又はスパッタリング法等の従来法により追加して膜を形成すれば良い。

【0033】第一及び第三の実施例では基板1は石英基板である。前述のように基板として半導体や高分子樹脂フィルム等損失性の材料を使用する場合は、光の伝搬領域と基板とを光学的に隔離するためバッファ層が必要となる。第一及び第三の実施例ではそれぞれコア領域、クラッド領域のみに本発明を適用した場合について説明したが、コア、クラッド、バッファ層すべてに本発明を適用しても良く、一部領域に本発明を適用しその他の領域にはCVD法や蒸着法又はスパッタリング法等従来法によるガラス層を併用して光導波路を構成しても良い。

【0034】また屈折率の制御に関しては、上記の実施例ではSi、N、Hのみで構成されるペルヒドロポリシラザンを用いて焼成時のガス雰囲気によって制御する場合について説明した。屈折率は焼成時のガス雰囲気だけでなく、ポリシラザン前駆体に屈折率制御用のドーパントを添加しても変えることができる。例えば、コア領域に用いるポリシラザン前駆体には屈折率を増加させるドーパントP、Al、Ge、Ti、Zn、Zrの少なくとも一種類を添加する。或はクラッド領域に用いるポリシラザン前駆体には屈折率を減少させるドーパントB又はFを添加する。これによりコア領域とクラッド領域を焼成する時、ガス雰囲気が同じでもコア領域の屈折率はクラッド領域の屈折率より高くなる。

【0035】更に上記の実施例に於いて、膜の形成は全てスピナー塗布によるものについて説明したが、熱硬化型無機高分子ポリマーをバブリングにより気化し、これを原料ガスとして熱或はプラズマによる気相成長によりガラス化することもできる。この場合バブリング時に用いるガスを窒素或は酸素にすることによって形成されるガラス膜の屈折率を制御することができる。

【0036】

【発明の効果】本発明によれば、コア領域、クラッド領域、及びバッファ層の一部又は全部を熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜によって形成することを特徴とする光導波路を用いたこと、熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体はスピコート法によって

塗布し、その後該熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を熱処理により熱分解することによってガラス化し、少なくとも1回以上塗布又は熱処理の工程を繰り返すことを特徴とする製造方法を用いたこと、及び熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を出発原料とするガラス膜の屈折率は、前記熱処理における熱分解時の雰囲気窒素を窒素、酸素、又は窒素及び酸素の混合とし、窒素及び酸素の含有量により制御することを特徴とする製造方法を用いたことで次の如き優れた効果を発揮する。

10 【0037】熱硬化型無機高分子ポリマー前駆体を熱処理する時のガス雰囲気を変えるだけで、コア領域からクラッド領域まで適用できる広範囲な屈折率を持つガラス層の形成が可能である。

【0038】安価な装置で均一性、ステップカバレッジに優れた成膜が可能である。

【0039】平坦で厚膜のガラス膜形成が可能であり、特にコア領域上部を覆うクラッド領域の形成に好適である。

20 【0040】比較的低温でガラス化が可能であり、熱による基板の変形や導波路形状の変形を抑制することができる。

【0041】半導体、ガラス、高分子樹脂等種々の基板上に形成でき、またこのような各種の複合材料から成る光導波路の構成が可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第一の実施例の光導波路の断面図である。

【図2】第一の実施例に係わり、屈折率の熱処理温度依存性を示すグラフである。

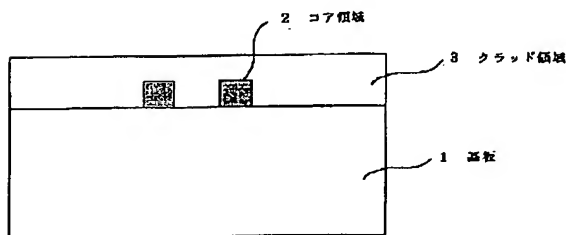
30 【図3】本発明の第二の実施例の光導波路の断面図である。

【図4】本発明の第三の実施例の光導波路の断面図である。

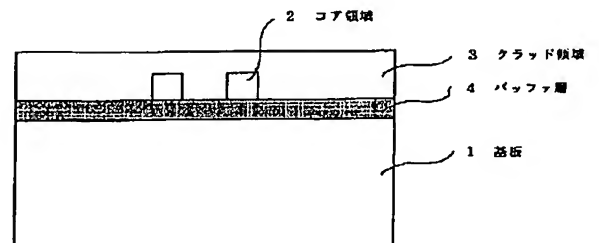
【符号の説明】

- 1 基板
- 2 コア領域
- 3 クラッド領域
- 4 バッファ層

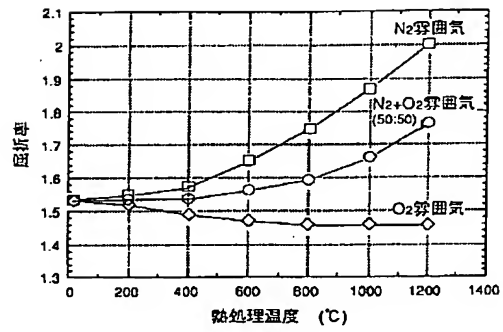
【図1】



【図3】

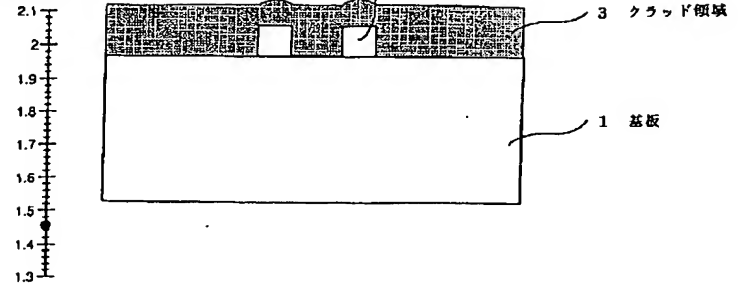


【図2】



【図4】

参考: Si
熱酸化膜



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.